

了解这些细节，让你的卡尔费休法水分测定越来越准！

刘炜

(富美实(上海)化学技术有限公司, 上海 200000)

水分测定常被应用于石油、化工、医药、农药行业，它是化合物纯度鉴定过程中的一个重要补充手段。目前最常用的水分测定方法为卡尔·费休法，该方法是 1935 年由卡尔·费休 (Karl Fischer) 提出的测定水分的容量分析方法。

其原理是利用仪器的电解池中的卡氏试剂达到平衡时注入含水的样品，水参与碘、二氧化硫的氧化还原反应，在吡啶和甲醇存在的情况下，生成氢碘酸吡啶和甲基硫酸吡啶，消耗了的碘在阳极电解产生，从而使氧化还原反应不断进行，直至水分全部耗尽为止。(注：卡尔费休滴定法双组分试剂种类很多，由于吡啶会对人体造成生殖毒性，因而很多厂家在研制的时候会用其它试剂代替，比如咪唑等等)。

该方法优势明显，在测定物质水分的各类化学分析方法中，对水最为专一、最为准确。而且经过多年改进，在原有基础上不仅提高了准确度，还扩大了测量范围，已被列为许多物质中水分测定的标准方法。

费休法一共分为两种方法，其中的滴定法最为经典，应用最广泛，它适用于许多无机化合物和有机化合物中水分的测定。虽然该方法最经典，也很可靠，但在实际测定过程中依然会出现测不准的问题，这些问题往往都是由一些不惹人注意的细节造成的。下面主要分三个方面进行阐述：

1 仪器准备

1) 每次在测定样品前都要对设备进行检查，由于其测定的对象是水分，因而该仪器对水敏感，设备上各个部件处会装有变色硅胶吸附管，里面的变色硅胶需要定期更换，保持设备干燥。

2) 管路排气填充，该方法是滴定法，与传统的滴定管滴定原理相同，不同的地方在于不是人工滴定，而是由设备内部的泵抽取滴定液进行滴加，因而设备上会有一段管路，我们需要做的就是定期查看管路内是否有气泡，如有气泡需要排空气泡，并且用滴定液充满管路，否则滴定出来的体积会有误，造成最终结果不准确。

2 滴定液准备与校准

1) 准备滴定液：滴定液购买是市售现成的，而且带有具体浓度，当我们需要更换设备上的滴定液时，尽可能将原先管路内的滴定液排空并且用新的滴定液充分置换，否则会造成平行性不好。测定样品时，尽可能使用同一瓶滴定液，因为开瓶后的滴定液浓度随着时间的推移会越来越低。

2) 标定校准：不管是新开瓶的滴定液还是装在仪器上有一段时间的滴定液都要进行标

定，因为滴定液是有机试剂，挥发性强，浓度一直在变化，所以每次测定实际样品前不要怕麻烦，都要用水标进行标定，这样标定得出的浓度才是滴定液在此刻的真实浓度，而不是一味的沿用瓶身上标注的出厂浓度。

3 样品准备

1) 固体样品：对于固体样品也是可以直接测定的，但是要注意固体样品的溶解度，溶解度好不好我们可以自己事先拿溶剂进行验证一下，对于那些溶解度不好，需要超声或者加热溶解的不建议直接进行滴定。因为固体样品溶解度对测定有影响，溶解度差的固体样品先用溶剂溶解，然后当成液体样品进行滴定。

2) 液体样品：液体样品可以直接滴加测试，对于滴加的量，最好事先尝试滴加一个评估一下大概的水分含量，然后根据评估值确定加入的样品量，加入的量太少，滴定液体积误差比较大，加入的量太多，滴定液体积太大，滴定时间很长，难以到达滴定终点，所以选择合适的样品量也很重要。

注：上述两种样品加入量建议用差量法，差量法比较准确，加入样品的时候注意不要洒落或者沾到壁上，以免影响测定结果。

总而言之，卡尔费休法测水分原理其实很简单，操作也不难，但是要想做准确不容易，需要注意的细节很多，了解了以上这些细节，平时多注意，相信你会对你的测定结果越来越有信心。